

PAT-NO: JP02001305118A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 2001305118 A

TITLE: **GAS CHROMATOGRAPH SPECTROMETER**

PUBN-DATE: October 31, 2001

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
SHIMOMURA, MANABU	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
SHIMADZU CORP	N/A

APPL-NO: JP2000122119

APPL-DATE: April 24, 2000

INT-CL (IPC): G01N030/32, G01N027/62 , G01N030/72

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To protect a vacuum pump from an excessive flow rate of a carrier gas in a gas chromatograph mass spectrometer.

SOLUTION: A column inlet pressure of a carrier gas is detected by a pressure sensor 9 and an output value P thereof is applied for a specified expression with an arithmetic unit 10 to calculate a column flow rate F through a column 6. The results are accumulated with an integrator 11 to obtain a mean A for a fixed time length and when the value exceeds a preset threshold S, a signal is generated from a comparator 12 to operate an alarm circuit 14 or the signal is fed back to a flow rate control part 2 to curtail the flow rate of the carrier gas down to a value safe for the vacuum pump 8. This can protect the vacuum pump 8 from damage due to overload even when an improper analysis method is applied and eliminates possible malfunctioning of a protector even in the high pressure injection of a sample.

COPYRIGHT: (C)2001,JPO

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-305118

(P2001-305118A)

(43)公開日 平成13年10月31日 (2001.10.31)

(51)Int.Cl.\*

G 0 1 N 30/32  
27/62  
30/72

識別記号

F I

コード\*(参考)

G 0 1 N 30/32  
27/62  
30/72

A  
C  
A

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 3 頁)

(21)出願番号

特願2000-122119(P2000-122119)

(22)出願日

平成12年4月24日 (2000.4.24)

(71)出願人 000001993

株式会社島津製作所

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

(72)発明者 下村 学

京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会  
社島津製作所内

(74)代理人 100097892

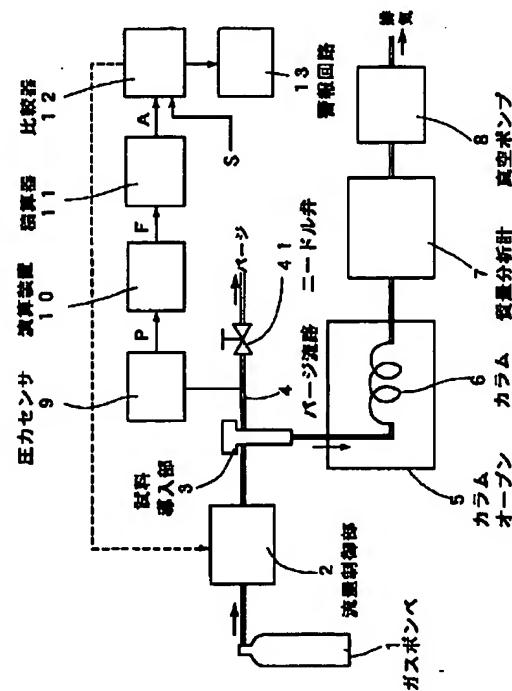
弁理士 西岡 義明

(54)【発明の名称】 ガスクロマトグラフ質量分析計

(57)【要約】

【課題】ガスクロマトグラフ質量分析計においてキャリアガスの過大流量から真空ポンプを保護する。

【解決手段】圧力センサ9によりキャリアガスのカラム入口圧を検出し、その出力値Pを演算装置10により所定の計算式に適用してカラム6を流れるカラム流量Fを算出し、これを積算器11により積算して所定時間の平均値Aを得、この値が予め設定した閾値Sを越えたとき比較器12から信号を発して警報回路13を作動させ、或いは、信号を流量制御部2にフィードバックしてキャリアガス流量を真空ポンプ8にとって安全な値まで削減するようにした。これにより、不適切な分析メソッドを適用した場合でも真空ポンプ8を過負荷による損傷から保護することができ、また、試料の高圧注入に際しても保護装置が誤動作するおそれがない。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】ガスクロマトグラフのカラム流量値を算出する演算装置を備えると共に、カラムを通過したガスの全量が真空ポンプにより減圧された質量分析計の真空容器に導入されるように構成されたガスクロマトグラフ質量分析計において、前記演算装置により算出された流量値を積算する手段と、その所定時間の積算値を予め設定した閾値と比較する手段とを有し、その比較結果に基づいて前記カラム流量を制御する手段を備えたことを特徴とするガスクロマトグラフ質量分析計。

## 【発明の詳細な説明】

【発明の属する技術分野】本発明は、ガスクロマトグラフ質量分析計に関する。

## 【0001】

【従来の技術】ガスクロマトグラフと質量分析計を組み合わせたガスクロマトグラフ質量分析計は、ガスクロマトグラフの高い分離能力と質量分析計のすぐれた定性能力を兼ね備えた汎用分析装置として広く応用されている。ガスクロマトグラフ質量分析計においては、ガスクロマトグラフの分離カラム（キャビラリカラム）から流出する試料成分を含むキャリアガスがそのまま質量分析計の真空系に導入される。質量分析計の真空系は、真空ポンプ（ターボ分子ポンプとロータリーポンプをタンデムに接続して用いる）により常時排気することで所要の高真空を維持しているので、ここに連続的にキャリアガスが導入されることは真空ポンプにとっては負担が大きく、流入するガス流量が大きい状態が継続すると真空ポンプが損傷することがある。

## 【0002】

【発明が解決しようとする課題】このため過大なガス流入から真空ポンプを保護する手段が求められているが、従来は特に保護手段ではなく、真空ポンプが過負荷にならないように注意して分析メソッド（ある分析を行うための1セットの設定条件）を作成する必要があった。

【0003】また、保護装置として、キャリアガスの流量を測定し、その値が或る設定値（閾値）を越えたときに何らかの保護策を講じるような構造は容易に考えられるが、試料の高圧注入の際には瞬間に流量値が増大するから、高圧注入のたびに保護装置が働いてしまうという誤動作の恐れがあり、また真空ポンプも短時間であれば過大流量に対して耐力があるので、このように単純に流量の上限値を設定して保護装置を作動させるような構造は適切ではなかった。

【0004】本発明はこのような事情に鑑みてなされたものであり、キャリアガスの過大流量から真空ポンプを保護することができるガスクロマトグラフ質量分析計を提供することを目的とする。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、上記課題を解決するために、ガスクロマトグラフのカラム流量（キャ

リアガス流量）の瞬間値でなく、流量の所定時間の積算値、言い換えると時間平均値が予め定めた限界を超えたときに保護手段を作動させるようにした。即ち、カラム流量の値を算出する演算装置を備えると共に、カラムを通過したガスの全量が真空ポンプにより減圧された質量分析計の真空容器に導入されるように構成されたガスクロマトグラフ質量分析計において、前記演算装置により算出された流量値を積算する手段と、その所定時間の積算値を予め設定した閾値と比較する手段とを有し、その比較結果に基づいて前記カラム流量を制御する手段を備えたことを特徴とするガスクロマトグラフ質量分析計である。

【0006】このように構成したことにより、不適切な分析メソッドを適用した場合でも真空ポンプを過負荷による損傷から保護することができ、また、試料の高圧注入に際して誤動作することのない保護装置を得ることができる。

## 【0007】

【発明の実施の形態】本発明の一実施形態を図1に示す。図において、ガスクロマトグラフのキャリアガスは

20 ガスボンベ1から供給され、流量制御部2で調整され、試料導入部3から注入された試料と共にカラム6へと流れ、これを通過したガスの全量が質量分析計7に導入される。カラム6はカラムオーブン5に収められて所定温度に調整され、また、質量分析計7の真空容器は真空ポンプ8により所要の真空度に保たれている。なお、真空ポンプ8は、前述のように、ターボ分子ポンプとロータリーポンプをタンデムに接続して用いるが、ここではこれらを一括して示す。試料導入部3では、キャリアガスの一部がセプタムバージガスとしてバージ流路4に設けたニードル弁41を経て放出される。この他、試料導入部3の周辺には、試料導入方式に応じてスプリット流路等が設けられるが、本発明とは特に関係がないのでこの図では省略されている。

【0008】バージ流路4には、圧力センサ9が設けられ、試料導入部3の内圧、即ちカラム入口圧を検出している。検出された圧力の値Pは演算装置10に入力され、ここでカラム6を流れるカラム流量Fが式（1）に示す計算式により算出される。

$$F = \frac{d^4 \times 10^4 \times (P + 101.325)^2 \times 0.216551}{L \times \mu \times (273 + t)}$$

F : カラム流量

d : カラム内径

L : カラム長さ

P : カラム入口圧

μ : キャリアガスの粘性係数

t : カラムオープンの温度

なお、この計算式において、カラム内径（d）とカラム長さ（L）は使用するカラムの寸法に応じて予め入力された値であり、カラムオープンの温度（t）は、特に図

示しないが、カラムオープン5の温度制御のために設けられている温度センサからの信号を演算装置10に取り込んで利用する。また、粘性係数( $\mu$ )は、キャリアガスの種類に応じて定まる物理定数であり、また温度の関数でもある(例えば、ヘリウムの場合は、 $\mu = 0.0412 \times t + 18.7$ )。

【0009】カラム流量値Fは例えば1秒毎に算出され、この値は次に積算器11により積算される。積算の結果は、図示しないタイマーにより一定周期(例えば5分)毎にリセットされ、リセット周期を平均化時間とする平均値Aとして出力され、この値が比較器12で予め設定された閾値Sと比較され、閾値Sを越えたときは警報回路13が作動してオペレータに対して警報したり、或いは、図中に点線で示すように、信号を流量制御部2にフィードバックして、キャリアガス流量を削減するよう制御することにより、真空ポンプ8を過負荷から保護する。

【0010】図2は本発明の変形例を示したものである。なお、図2において流路系は図1における1~8と同じであるから省略してある。図2の例では、積算値を一定周期でリセットする代わりに、カラム流量値Fを遅延回路14により一定時間だけ遅らせた信号(一定時間だけ過去の流量値)fを、逆極性で現在のカラム流量値Fと並行して積算器11に入力するように構成したことにより、遅延時間を平均化時間とする移動平均値が積算器11の出力Aとして得られる。移動平均であるから、常に過去一定時間の平均値を閾値Sと比較することになり、図1の場合よりも応答が早く、確実な保護機能が期待できる。

【0011】本発明は、図1または図2に示すような、

演算、積算、比較、警報、遅延等の機能を持つ独立した回路ブロックが固定的に存在するものに限らず、1台のコンピュータの内部で、適切なプログラムに従ってこれらの機能がソフトウェア上で実行されるように構成された装置をも包含する。この他、上記は本発明を例示したものであって、本発明がこれに限定されるものではない。

#### 【0012】

【発明の効果】本発明は上記のように構成されているので、不適切な分析メソッドを適用した場合でも真空ポンプを過負荷による損傷から保護することができ、また、試料の高圧注入に際して保護装置が誤動作するがない。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施形態を示す図である。

【図2】本発明の一変形例を示す図である。

#### 【符号の説明】

- 1…ガスボンベ
- 2…流量制御部
- 3…試料導入部
- 4…バージ流路
- 5…カラムオープン
- 6…カラム
- 7…質量分析計
- 8…真空ポンプ
- 9…圧力センサ
- 10…演算装置
- 11…積算器
- 12…比較器
- 13…警報回路
- 14…遅延回路

